

CARACTERIZACIÓN DE LA TEMPERATURA DE SOLUBILIZADO Y PRECIPITACIÓN EN UNA SUPERALEACIÓN CMSX-4

Autores: A. M. Ges⁽¹⁻²⁾, O. Fornaro⁽¹⁻³⁾ y H. Palacio⁽¹⁻²⁾

(1) IFIMAT. Dpto de Física, Fac. de Cs. Exactas, UNCPBA, Pinto 399, B7000GHG Tandil, Buenos Aires, Argentina.

(2) Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires (CICPBA)

(3) Consejo de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET).

e-mail: amges@exa.unicen.edu.ar

Palabras claves: Superalaciones, Tratamientos Térmicos, Fase γ' , Transformaciones de fase.

RESUMEN:

Las superaleaciones base níquel son usadas en álabes de turbina debido a sus excelentes propiedades mecánicas a altas temperaturas. Estas excelentes propiedades son el resultado de una microestructura característica que consta de una fase endurecida, γ' , que se encuentra coherentemente unida a una matriz γ de base Ni. Las propiedades mecánicas de estas superaleaciones dependen en gran medida del tamaño, la morfología y la distribución de la fase γ' . Tanto la fase γ como la fase γ' tienen una estructura cristalográfica fcc, existiendo un pequeño desajuste en el parámetro de red entre ambas fases que influyen fuertemente en la evolución microestructural durante el funcionamiento a altas temperaturas.

El conocimiento de la cinética de estos cambios es necesario para el mejoramiento del diseño de los tratamientos térmicos y para una mejor comprensión de los efectos de las condiciones de alta temperatura de servicio en la evolución de la fase γ' . Esto es particularmente real para las condiciones donde el crecimiento y la disolución de las partículas de fase γ' puede ocurrir.

En el presente estudio se determinó la temperatura de transformación, es decir, temperaturas de inicio y finalización para los procesos de solubilización y precipitación de γ' por medio de un Análisis Diferencial Térmico-(DTA-TG) en una superaleación CMSX-4.

CHARACTERIZATION OF SOLUTION AND PRECIPITATION TEMPERATURE IN CMSX-4 SUPERALLOY

Authors: A. M. Ges⁽¹⁻²⁾, O. Fornaro⁽¹⁻³⁾ y H. Palacio⁽¹⁻²⁾

(1) IFIMAT. Dpto de Física, Fac. de Cs. Exactas, UNCPBA, Pinto 399, B7000GHG Tandil, Buenos Aires, Argentina.

(2) Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires (CICPBA)

(3) Consejo de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET).

e-mail: amges@exa.unicen.edu.ar

Keywords: Superalloys, Heat Treatments, γ' phase, Phase Transformation

ABSTRACT:

Nickel superalloys are used as the material for turbine blades due to their excellent mechanical properties at higher temperature. These excellent properties are a result of the microstructure, which consist of their hard intermetallic (γ') phase that is coherently embedded in the Ni-base (γ) phase. The mechanical properties of these superalloys largely depend on the size, morphology and distribution of the (γ') phase. Both the (γ) and (γ') phases have fcc crystallographic lattices, although a small misfit between the two is present, which strongly influence the microstructural evolution during operation at high temperatures.

A comprehensive knowledge of the kinetics of these changes is necessary for the design of improved heat treatment processes and for a better understanding of the effects of high temperature service conditions on (γ')

evolution. This is particularly true for conditions where coarsening and possibility particle dissolution of the (γ') phase can occur.

In the present study we determined the transformation temperatures, that is start and ending temperatures for solution and precipitation processes of γ' by using Differential Thermal Analysis-(DTA-TG) measures in a CMSX-4 superalloy.

1.- INTRODUCCION

La resistencia de una superaleación base níquel es obtenida por la precipitación coherente de grandes cantidades de partículas γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$) obtenidas por medio de tratamientos térmicos.

Las nuevas superaleaciones desarrolladas contienen adiciones de elementos refractarios como tungsteno, renio y tantalio. Estos elementos además del molibdeno se han ido incrementando en las primeras tres generaciones de aleaciones de monocristales base níquel.

El contenido de materiales refractarios (W+Mo+Re+Ta) en la primera generación de superaleaciones de éste tipo (CMSX-2), segunda (CMSX-4) y tercera (CMSX-10) se ha ido incrementando desde 14% al 16,5% llegando hasta el 20% respectivamente. Este incremento de elementos refractarios da como resultado un aumento de resistencia al creep, debido al incremento de la resistencia de la solución sólida, fortalecimiento de la fase γ' y bajas velocidades de difusión. [1]

En el caso de una superaleación base Níquel CMSX-4 de segunda generación, denominada así por el alto contenido de elementos refractarios y caracterizada principalmente por el agregado de 3% de Re, todos estos agregados reducen la velocidad de difusión durante los tratamientos térmicos, por lo tanto no favorecen una buena homogenización. Por lo tanto las estructuras as-cast muestran en las regiones interdendríticas una gran cantidad de segregación. Las dendritas son predominantemente de fase γ , con eutéctico γ/γ' en las regiones interdendríticas. Una γ' fina precipitada a partir de la fase γ aparece dentro de las dendritas como consecuencia del enfriamiento. [2,3]

Para poder modificar y eliminar esta segregación, determinar las temperaturas de solubilizado de la fase γ' y la temperatura de disolución del eutéctico γ/γ' es necesario calentar el material por encima de la temperatura de solvus de γ' y por debajo de la temperatura de solidus. Este rango de temperatura es el que se conoce como la “ventana” del tratamiento térmico de solubilización. La composición química de la aleación afecta el grado y cantidad de segregación además de influir sobre la temperatura de solidus y de solvus de γ' . Para algunas aleaciones con diferentes aleantes, los tratamientos térmicos pueden ser muy prolongados y la temperatura del tratamiento excede los 1300°C. resultando en éste caso un incremento importante en los costos industriales. Por éste motivo es sumamente importante conocer con la mayor precisión posible los tratamientos característicos de cada aleación particular. También el grado de homogenización puede influir sobre las propiedades de estas aleaciones.

El propósito de esta investigación es estudiar el efecto de los tratamientos térmicos en una aleación de segunda generación, CMSX-4, con un contenido de Re del 3%. Por lo tanto es necesario determinar la temperatura a las cuales la disolución de la fase γ' es completa y el eutéctico γ/γ' es disuelto para alcanzar homogeneidad química.

Tradicionalmente dos tratamientos térmicos son usados en las superaleaciones. En primer lugar un tratamiento de solubilizado con el objeto de homogeneizar la macroestructura y reducir los efectos de la segregación. En segundo lugar uno o varios tratamientos de envejecimiento de manera de desarrollar una microestructura cuboidal γ/γ' .

En esta etapa se estudió el rango de temperaturas en que se produce la solubilización de la fase γ' por medio de curvas de calentamiento tomadas en un horno de alta temperatura.

La finalidad de la experiencia fue determinar la temperatura de precipitación de la fase γ' en una superaleación del tipo CMSX-4, utilizando un DTA de alta temperatura [4].

2.- EXPERIMENTAL

Tabla I Composición de la superaleación CMSX-4 porcentaje en peso

Ni	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Hf
Bal.	6.4	9.6	0.6	6.4	6.6	3.0	5.6	1.0	0.1

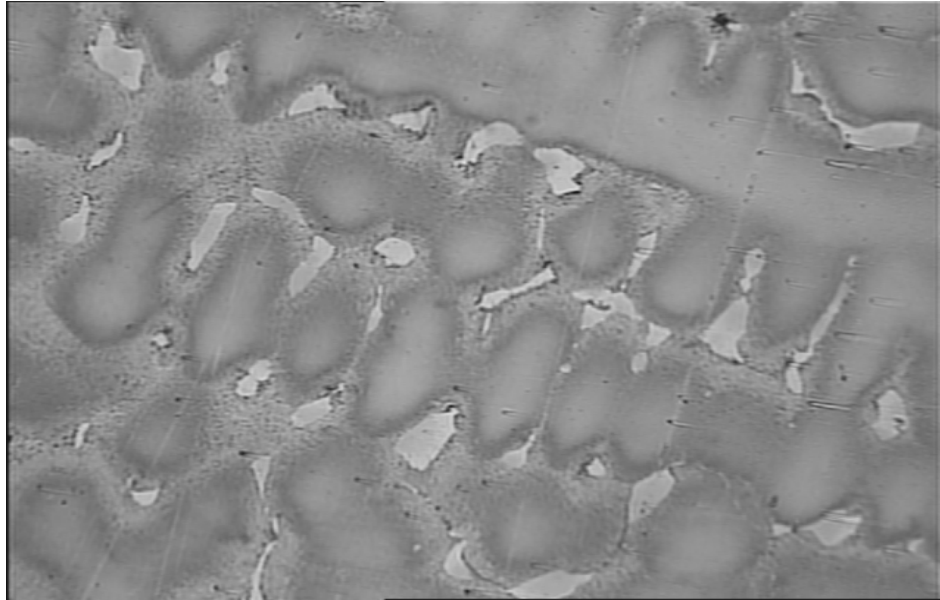


Figura 1. Micrografía as-cast de CMSX-4. 200x

Las muestras de la aleación CMSX-4, cuya composición aparece en la Tabla I, fueron cortadas y seccionadas de un lingote original de la aleación y fueron reducidas hasta un tamaño de 0.500mm. de espesor y un diámetro de 5 mm. El peso aproximado de las probetas se mantuvo por debajo de los 100mg.

Todas las probetas inicialmente fueron solubilizadas a la temperatura de 1350°C durante 4 horas. En la Figura 1 observamos la micrografía óptica de la probeta as-cast donde se observa la estructura dendrítica y en el espaciado interdendrítico encontramos eutéctico γ/γ' . La Figura 2 corresponde a una micrografía SEM de probeta solubilizada.

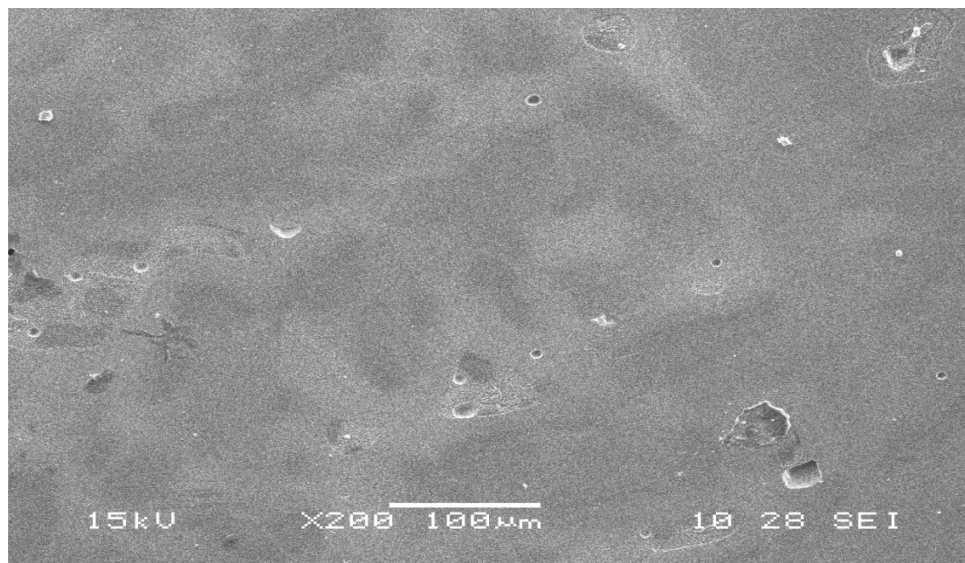


Figura 2. Probeta solubilizada

Estudios anteriores determinaron que no era necesario hacer un tratamiento térmico de solubilizado más prolongado. Las determinaciones de calorimetría fueron realizadas en un equipo Shimadzu DTG-60H, Simultaneous DTA-TG apparatus para determinar la temperatura de transformación de materiales [5]. Una vez llevadas a las medidas correspondientes las muestras fueron pulidas antes de ser colocadas en el crisol del equipo. Además para cada una de estas probetas se hizo una similar de níquel puro que se utilizó como probeta testigo para la determinación del cambio diferencial de la medida de temperatura. Estas probetas se colocaban en el equipo de a pares.

Las experiencias realizadas fueron las siguientes:

Experiencia 1) desde temperatura ambiente subir rápido hasta 1000°C

Experiencia 2) La probeta anterior, una vez, alcanzada la temperatura de 1000°C continuó hasta alcanzar la temperatura de 1180°C y posteriormente enfriar hasta temperatura ambiente.

Experiencia 3) otra probeta se llevó a 1180°C, luego bajar lentamente hasta 1000°C y luego enfriar hasta temperatura ambiente.

Experiencia 4) otra probeta se llevó hasta 1180°C y se enfrió lentamente.

En este segundo paso se tomó la probeta de la experiencia 2 y desde temperatura ambiente se calentó hasta 650°C a velocidad de calentamiento rápido, posteriormente de 650 a 1000°C.

Luego se realizó otra experiencia llevando las probetas a calentamiento rápido hasta 650°C y luego hasta 1000°C. Con otras probetas se realizó el mismo tipo de experiencia pero con distintas velocidades de enfriamiento.

En la Tabla II se explicitan el peso de las muestras y las velocidades de calentamiento.

TABLA II. Peso de las muestras y velocidades de calentamiento

Probeta	Peso (mg)	Velocidad de calentamiento
A	34.80	10°C/min
B (A)	34.80	10°C/min
C	10.48	5°C/min
D	28.34	10°C/min
E	29.65	De 0° a 600°C a 40°C/min De 600° a 1180°C a 25°C/min
F	28.087	40°C/min
G	27.42	5°C/min

3.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Como es usual los datos son graficados luego de ser normalizados con el peso de las muestras y la velocidad de barrido (cambio de Temperatura). En el gráfico de la Figura 3 se registran las temperaturas de inicio y finalización de la disolución de la fase γ' para cada una de las velocidades de calentamiento de acuerdo a las velocidades utilizadas según Tabla II. En la Figura 3 observamos que hay un corrimiento de las curvas de inicio y finalización de la disolución de la fase γ' a medida que aumenta la velocidad de calentamiento.

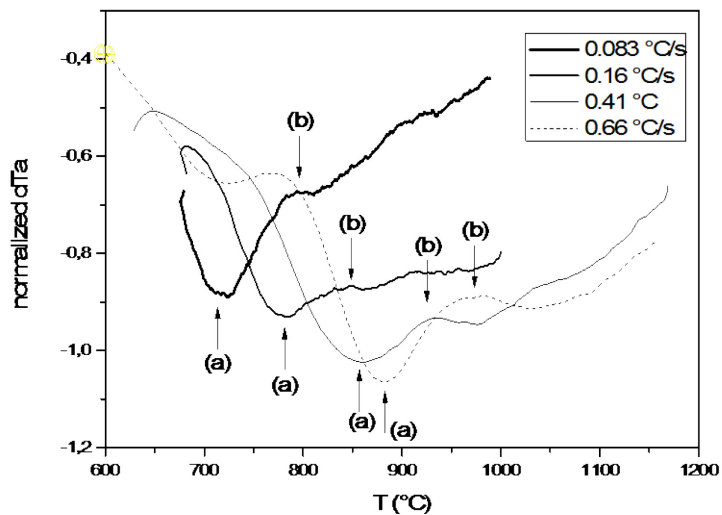


Figura 3. Gráfico de las Temperaturas de inicio y finalización de la fase γ' vs. Velocidad de calentamiento.

TABLA III. Temperaturas de inicio y finalización de la fase γ' vs. Velocidad de calentamiento

Velocidad de Calentamiento °C/seg	Temperatura de Inicio (°C)	Temperatura de Finalización (°C)
0.083	722	795
0.16	788	845
0.41	857	925
0.66	883	975

Posteriormente, con los datos de la Figura 3, se determinó las temperaturas de inicio y finalización resumidas en la Tabla III. De esta forma se graficó el intervalo entre las temperaturas de inicio y finalización del proceso versus la velocidad de calentamiento, mostrando que la diferencia entre ambas temperaturas se mantuvo aproximadamente constante para el rango de las velocidades de calentamiento estudiadas. De estos resultados se desprende que las temperaturas de precipitación podrían variar con el volumen de las muestras ya que éste dependerá de la velocidad de calentamiento de las piezas. Este resultado está reflejado en la Figura 4.

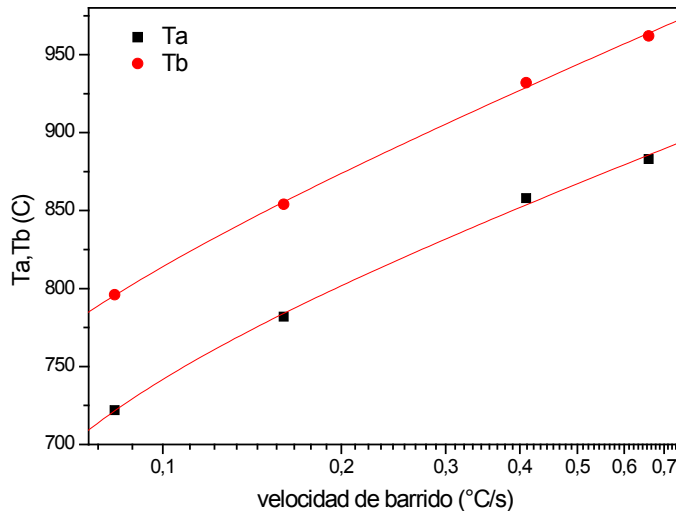


Figura 4. Intervalo de temperaturas vs. Velocidad de calentamiento

4.- CONCLUSIONES

Se estudió la cinética de precipitación de las partículas precipitadas γ' desde una matriz inicialmente homogénea, utilizando un calorímetro DTA-TG de alta temperatura. Se pudo determinar que la velocidad de calentamiento influye fuertemente en la temperatura de inicio y final del proceso de precipitación, aunque el ancho de la ventana $T_b - T_a$ se mantiene aproximadamente constante.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue realizado en el IFIMAT, con aportes de ANPCyT, CONICET, SECAT (UNCPBA) y CICPBA. Se agradece también la colaboración del Dr. J. Malarria del Instituto de Física de Rosario (IFIR).

REFERENCIAS

- [1].- G. L. Erickson, "A new, third generation, single-crystal, casting superalloy". Journal of The Minerals, Metals & Materials Society, (47, Issue 4), 36-39. (*paper*)
- [2].- B. C. Wilson, E. R. Cutler, G. E. Fuchs. "Effect of solidification parameters on the microstructures and properties of CMSX-10". Mater. Sci. Eng. A 479, (2008) 356-364. (*paper*)
- [3].- D. N. Duhl, en C. T. Sims, N. S. Stoloff, W. C. Hagel (Eds). Superalloys II. Wiley and Sons, Inc., New York, 1987 (*libro*), Pag. 189.
- [4].- G. E. Fuchs. "Solution heat treatment response of a third generation single cristal Ni-base superalloy". Mater. Sci. Eng. A 300, (2001) 52-60. (*paper*)
- [5].- W. J. Boettinger, U. R. Kattner, " On Differential Thermal Analyzer Curves for the Melting and Freezing of Alloys"; Met. And Mat. Trans. A, Vol 33^a, June 2002, Pag. 1779-1794. (*paper*)